

Method to determine foam characteristics, e.g. foam behavior, volume and stability, of surfactants

Patent number: DE19740095
Publication date: 1999-03-25
Inventor: ENGELS THOMAS DR (DE); KAHRE JOERG DR (DE)
Applicant: HENKEL KGAA (DE)
Classification:
- **International:** G01F22/00; G01N13/00; B01F17/00; A61K7/075;
A61K7/50; C11D1/00
- **European:** G01F22/00; G01N13/02
Application number: DE19971040095 19970912
Priority number(s): DE19971040095 19970912

Abstract of DE19740095

The method involves stirring an aqueous sample containing surfactant within a specified time. In addition or after the mechanical action, the volume of the resulting foam is mixed. The stirrer (10) for stirring the sample rotates at a specified rpm. The stirrer rotates with a revolution rate of 900-1300 revolutions per minute. The total stirring time is 60-180 s. The actual level of foam is determined at specified times during the stirring operation. An Independent claim is given for a device for carrying out the method.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Patentschrift**
⑩ **DE 197 40 095 C 2**

⑤ Int. Cl.⁷:
G 01 F 22/00
G 01 N 13/00

⑲ Aktenzeichen: 197 40 095.7-52
⑳ Anmeldetag: 12. 9. 1997
㉑ Offenlegungstag: 25. 3. 1999
㉒ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 8. 6. 2000

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑬ Patentinhaber:
Cognis Deutschland GmbH, 40589 Düsseldorf, DE

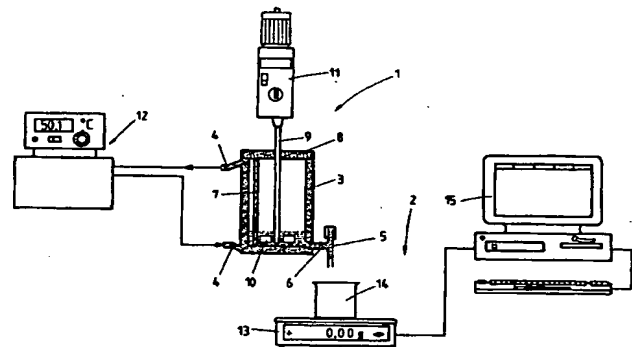
⑭ Erfinder:
Engels, Thomas, Dr., 50226 Frechen, DE; Kahre,
Jörg, Dr., 42799 Leichlingen, DE

⑮ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE 37 12 377 C2
DE-OS 21 61 172
DIN-Norm 53902, Teil 1;
DIN-Norm 53902, Teil 2;

⑯ **Verfahren zum Bestimmen der Schaumeigenschaften von Tensiden**

⑰ Verfahren zum Bestimmen der Schaumeigenschaften von Tensiden, insbesondere des Anschäumverhaltens, des Schaumvolumens und der Schaumstabilität, wobei man eine das Tensid enthaltende wäßrige Probe mechanisch innerhalb einer vorgegebenen Zeit mittels eines Rührers (10), dessen Rotorblätter sich knapp unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der nicht aufgeschäumten Probe befinden, mit vorgegebener Umdrehungszahl beaufschlagt, während des Rührvorgangs zu vorgegebenen Zeitpunkten die aktuelle Schaumhöhe bestimmt und hierzu den Rührvorgang für jeweils höchstens 10 Sekunden unterbricht.



DE 197 40 095 C 2

DE 197 40 095 C 2

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Bestimmen der Schaumeigenschaften von Tensiden, insbesondere des Anschäumverhaltens, des Schaumvolumens und der Schaumstabilität, wobei man eine das Tensid enthaltende wäßrige Probe mechanisch innerhalb einer vorgegebenen Zeit mittels eines Rührers (10), dessen Rotorblätter sich knapp unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der nicht aufgeschäumten Probe befinden, mit vorgegebener Umdrehungszahl beaufschlagt, während des Rührvorgangs zu vorgegebenen Zeitpunkten die aktuelle Schaumhöhe bestimmt und hierzu den Rührvorgang für jeweils höchstens 10 Sekunden unterbricht.

Stand der Technik

Ein Verfahren zur Bestimmung des Schaumvolumens ist als DIN-Norm 53 902, Teil 1 bekannt. Der Schaum wird durch 30 Sekunden langes Schlagen der flüssigen Probe in einem Standzylinder mit einer an einem Stiel befestigten, waagrecht ausgerichteten gelochten Platte erzeugt. Das entstandene Schaumvolumen wird 30 Sekunden nach dem Beenden des Schlagens gemessen. Nach der DIN-Norm 53 902 Teil 2 (modifiziertes Ross-Miles-Verfahren) kann das bei mechanischer Beaufschlagung einer tensidhaltigen Probe entstandene Schaumvolumen und die Schaumstabilität, also die zeitliche Änderung des Schaumvolumens nach Beendigung der Schaumbildung bestimmt werden. Dazu werden zwei übereinander angeordnete Gefäße, nämlich ein sogenanntes Ablaufgefäß und ein Einlaufgefäß, mit der Probenlösung gefüllt, wobei eine Schaumbildung zu vermeiden ist. Durch eine Kapillare des Ablaufgefäßes läßt man die Probenlösung in feinem Strahl auf die Flüssigkeitsoberfläche im Einlaufgefäß ausfließen, wodurch sich im Einlaufgefäß Schaum bildet. In festen Zeitabständen, nämlich 30 Sekunden, 3 und 5 Minuten nach dem Ausfließen aus dem Ablaufgefäß liest man die Schaumhöhe ab und erhält auf diese Weise ein Maß für das entstandene Schaumvolumen und dessen zeitliche Änderung, also die Schaumstabilität. In einem weiteren bekannten Verfahren (Stress stability of foam-Methode) zum Bestimmen der Schaumstabilität wird die Probenlösung mit Stickstoff oder einem anderen Gas wie Luft begast und auf diese Weise aufgeschäumt. Während des Aufschäumens wird die Höhe des Schaums im Anschäumzylinder im Abstand von 30 Sekunden abgelesen. Nach Ablauf der gewählten Aufschäumzeit, die typischerweise zwischen 60 und 120 Sekunden liegt, kann die Stabilität des entstandenen Schaums durch Auflegen eines Gewichtstellers und Messung der zeitlichen Abnahme der Schaumhöhe bestimmt werden.

Ein Nachteil der bekannten Verfahren bzw. der bekannten entsprechenden Vorrichtungen liegt in der Schwierigkeit, die tatsächlich unterschiedlichen Schaumeigenschaften ähnlicher tensidhaltiger Rezepturen in ausreichendem Maße meßtechnisch unterscheiden zu können. Ein weiterer Nachteil liegt in dem oftmals komplexen und unübersichtlichen Aufbau der für die Messungen erforderlichen Vorrichtungen. Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art bzw. eine entsprechende Vorrichtung zu entwickeln, welches eine deutlich bessere Differenzierung zwischen ähnlichen tensidhaltigen Rezepturen bei einem einfachen und übersichtlichen Aufbau der dazu erforderlichen Vorrichtung ermöglicht.

Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Bestimmen der Schaumeigenschaften von Tensiden, insbesondere des Anschäumverhaltens, des Schaumvolumens und der Schaumstabilität, wobei man eine das Tensid enthaltende wäßrige Probe mechanisch innerhalb einer vorgegebenen Zeit mittels eines Rührers (10), dessen Rotorblätter sich knapp unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der nicht aufgeschäumten Probe befinden, mit vorgegebener Umdrehungszahl beaufschlagt, während des Rührvorgangs zu vorgegebenen Zeitpunkten die aktuelle Schaumhöhe bestimmt und hierzu den Rührvorgang für jeweils höchstens 10 Sekunden unterbricht.

Zur erfindungsgemäßen Lösung der Aufgabe wird vorgeschlagen, daß eine Rührwelle mit mindestens einem Rührblatt im Behälter angeordnet ist und die Rührwelle mit einem Rührwerk mit fest vorgegebener oder einstellbarer Drehzahl verbunden ist. Vorzugsweise werden Rührer mit digitaler Drehzahlanzeige verwendet, da auf diese Weise die Drehzahl möglichst exakt und reproduzierbar eingestellt werden kann. Ein besonderer Vorteil der Erfindung besteht ferner darin, daß die Messungen in einem weiten Temperaturbereich, nämlich zwischen 0 und 80°C erfolgen können. Das Verfahren erlaubt zudem auch Messungen in Gegenwart von Wasserhärte und öligen Zusätzen.

Erfindungsgemäß wird das Aufschäumen der Probenlösung dadurch erreicht, daß mit Hilfe des Rührers Luft eingebracht wird. Durch den Rührvorgang bildet sich infolge der Zentripetalkraft ein Thrombus, aus dessen Zentrum die umgebende Luft Kontakt mit der Drehscheibe erhält und so in die Lösung eingesogen wird. Erst wenn sehr viel Schaum gebildet wurde, schlägt dieser über dem Thrombus zusammen und verhindert weiteren Luftzustrom, so daß die Schaumhöhe konstant bleibt.

Praktische Anwendung findet das erfindungsgemäße Verfahren insbesondere zur Beurteilung der Schaumleistung von verdünnten wäßrigen Tensidzubereitungen, also z. B. von Haarshampoos, Duschbädern, Handgeschirrspülmitteln und dergleichen. In der praktischen Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens hat es sich als besonders günstig herausgestellt, wenn der Rührer eine Umdrehungszahl von 900 bis 1300 1/min hat. Vorteilhaft ist außerdem eine Gesamtührzeit von etwa 60 bis 180, vorzugsweise um 120 Sekunden, obschon dieser Parameter natürlich auch durch die Konzentration der Tensidlösung und die Schaumleistung des Testproduktes maßgeblich beeinflusst wird.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können nicht nur das Schaumvolumen und die Schaumstabilität auf einfache, sichere und schnelle Weise ermittelt werden, sondern auch die Anschäumkinetik kann bestimmt werden. Darunter ist der Aufbau des Schaumes in Abhängigkeit von der Zeit zu verstehen. Zu diesem Zweck wird vorgeschlagen, daß man während des Rührvorgangs zu vorgegebenen Zeitpunkten die aktuelle Schaumhöhe bestimmt. Insbesondere ist es günstig, zur Bestimmung der aktuellen Schaumhöhe den Rührvorgang für jeweils höchstens 10 Sekunden zu unterbrechen. Als besonders geeignet für die praktische Durchführung des Verfahrens hat es sich herausgestellt, wenn man während der ersten 90 Sekunden in Abständen von jeweils 10 Sekunden und während der folgenden 90 weiteren Sekunden Rührzeit in Abständen von jeweils 30 Sekunden den Rührvorgang unterbricht, um die aktuelle Schaumhöhe abzulesen. Auf diesem Wege erhält man durch die zeitabhängige Zunahme des Schaumvolumens bzw. der Schaumhöhe einen verlässlichen Wert für die Anschäumkinetik.

Zur Bestimmung der Schaumstabilität ist es vorteilhaft, wenn man nach Ablauf der Gesamtührzeit die Schaumhöhe

in Abhängigkeit von der Zeit erfaßt, insbesondere während weiterer 5 Minuten, beispielsweise nach der 1., 2., 3. und 5. Minute. Zur praktischen Durchführung ist am Behälter eine Längenskala angebracht, und man ermittelt die Schaumhöhe aus dem gemessenen Wert für die Oberkante des Schaums und, falls die Probenflüssigkeit nicht vollständig aufgeschäumt wurde, als Differenz zum Wert für die Oberkante der Flüssigkeit. Grundsätzlich erfolgt die Messung der Schaumhöhe während und nach dem Aufschäumen auf optischem Wege, entweder durch subjektive Wahrnehmung durch das Auge oder durch Lichtschranken bzw. Photozellen. Es ist aber ebenfalls möglich, die Messung konduktometrisch durchzuführen, d. h. durch Bestimmung der Leitfähigkeit zwischen zwei Sensoren, die an der Innenseite des Gefäßes angebracht werden.

Schaumstabilität und Anschäumkinetik sind maßgeblich durch die Menge der darin enthaltenen Flüssigkeit sowie Art und Menge der eingesetzten Tenside bestimmt. Durch eine einfache und problemlose Ergänzung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann dieser unabhängige, die Schaumstabilität charakterisierende Parameter ermittelt werden. Dazu wird vorgeschlagen, daß man nach Ablauf der Gesamtührzeit die nicht aufgeschäumte Flüssigkeit aus dem Behälter abläßt, deren Volumen oder Gewicht mißt und daraus und aus dem ursprünglichen Volumen bzw. Gewicht der Probenflüssigkeit die Menge der im Schaum enthaltenen Flüssigkeit bestimmt.

Im folgenden werden vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Vorrichtung genannt. Vorzugsweise bestehen die Rührblätter aus einem Lochblech, wobei insbesondere vier in einem Winkel von 90° zueinander angeordnete Rührblätter vorgesehen sind. Da die Schaumbildung und die Schaumstabilität unter anderem eine Funktion der Temperatur der Probenflüssigkeit ist, wird außerdem vorgeschlagen, daß der Behälter zum einen temperierbar und zum anderen mit einem wärmedämmten Deckel, z. B. einer Platte aus Polystyrol-Schaumstoff (Styropor), verschlossen ist. Ein wichtiger, die Schaumstabilität beeinflussender Parameter ist die Menge der im Schaum enthaltenen Flüssigkeit, wie bereits oben ausgeführt worden ist. Zur Bestimmung dieses Parameters wird ein im Bodenbereich des Behälters angeordnetes Ablassventil und ein unterhalb des Ablassventils und auf einer Waage angeordnetes Auffanggefäß vorgeschlagen.

Im folgenden werden ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung sowie damit gewonnene Versuchsergebnisse anhand von Zeichnungen näher beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1: Schematische Übersicht über ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

Fig. 2: Draufsicht auf den Rührkopf nach Fig. 1,

Fig. 3: Seitenansicht des Rührkopfes nach Fig. 1 und

Fig. 4: Graphische Darstellung von Versuchsergebnissen.

In allen Zeichnungen haben gleiche Bezugszeichen die gleiche Bedeutung und werden daher gegebenenfalls nur einmal erläutert: Die Vorrichtung nach Fig. 1 besteht aus einer temperierbaren Anschäumapparatur 1 und einer Einrichtung 2 zum Bestimmen der Menge der im Schaum enthaltenen Flüssigkeit (Lamellenauslauf). Die Anschäumapparatur 1 enthält ein temperierbares zylindrisches Glasgefäß 3 mit an den Enden für den Zu- und Ablauf der Temperierflüssigkeit angebrachten Stutzen 4 und mit einem Eckventil 5, das über ein oberhalb des Gefäßinnenbodens eingeschmolzenes Glasrohr 6 mit dem Innenraum verbunden ist und zum Ablassen der Flüssigkeitsprobe dient. Die Stutzen 4 sind an einen Thermostaten 12 angeschlossen. Auf dem Glasgefäß 3 ist ein Maßstab 7 mit einer Millimeter-Einteilung zum Ablesen der Schaumhöhe und des Flüssigkeitsstandes ange-

bracht. Das Glasgefäß 3 ist mit einem Styropor-Deckel 8 abgedeckt, der unter anderem zur zusätzlichen thermischen Isolierung des Glasgefäßes 3 dient. Durch eine Bohrung im Deckel 8 ist eine Rührwelle 9 geführt, die an ihrem unteren Ende einen weiter unten noch näher erläuterten Rührkopf 10 trägt und die an ihrem oberen Ende mit einem Rührwerk 11 verbunden ist, dessen digital angezeigte Drehzahl einstellbar ist. Unmittelbar unterhalb des Eckventils 5 ist eine Präzisionswaage 13 mit einem Auffanggefäß 14 angeordnet. Die elektronische Waage 13 ist zur Datenerfassung und -verarbeitung an einen mit einer entsprechenden Software ausgestatteten Personalcomputer 15 angeschlossen. Zur Durchführung der Schaumuntersuchungen sind außerdem eine Stoppuhr und ein Thermometer, vorzugsweise ein Digitalthermometer, erforderlich, die in Fig. 1 nicht dargestellt sind.

Der Aufbau des Rührkopfes 10 ist im einzelnen in den Fig. 2 und 3 zu erkennen. An der Rührwelle 9 ist eine horizontal ausgerichtete Scheibe 16 aus Edelstahlblech befestigt. Auf und unterhalb der Scheibe 16 sind jeweils vier Rührblätter 17 mit Schweißpunkten 18 befestigt. Jedes Rührblatt 17 besteht aus einem Feinlochblech (Handelsname Conidur der Fa. Hein, Lehmann Trenn- und Fördertechnik GmbH, Düsseldorf), das durch drei Falzlinien in vier Streifen aufgeteilt ist. Die beiden äußeren Streifen 19 liegen auf der Scheibe 16 auf und sind über Schweißpunkte 18 damit verbunden. Die inneren Streifen 20 sind nach oben bzw. nach unten geneigt, so daß sie ein Dach mit einem Firstwinkel von 90° bilden.

Mit dieser Vorrichtung wurden die folgenden Versuche durchgeführt. Dabei wurde mit Hilfe des beschriebenen Spezialrührkopfes bei einer bestimmten Drehzahl Luft in die zu prüfende Tensidlösung eingebracht und auf diese Weise eine Aufschäumung bewirkt. Unter dem Begriff Anschäumkinetik wird das durch den Rührer innerhalb einer bestimmten Zeit mit festgelegten Rührperioden erzeugte Schaumvolumen verstanden. Die Anschäumkinetik wird im hinteren Teil der Meßkurve (ca. 0 bis 60 s) durch Geradenanpassung ermittelt; sie trägt die Einheit mm/s.

Die Schaumlamellen verlieren durch Flüssigkeitsverlust mehr oder weniger schnell an Qualität und sie zersetzen sich, so daß sich das Schaumvolumen verringert. Die Abnahme des Schaumvolumens bzw. der Schaumhöhe innerhalb der ersten 5 Minuten nach Rührende wird hier als Maß für die Schaumstabilität verstanden. Bei der Bestimmung des im Schaum enthaltenen Restwassers wird als "Lamellenauslauf" der prozentuale Anteil von Restwasser im Schaum definiert.

Vor Beginn der Untersuchungen wurde das Glasgefäß 3 und der Rührkopf 10 gründlich gereinigt. Der Rührkopf 10 wurde so eingestellt, daß die Unterkante der Scheibe 16 (Rührkopfflatte) etwa 1 cm oberhalb des Gefäßbodens stand. Eine Drehzahl von 1300 Upm wurde eingestellt. Mit Hilfe des auf der Glaswand angebrachten Maßstabes 7 und der Präzisionswaage 13 wurde das Volumen des Glasgefäßes 3 durch Auslittern mit Wasser festgestellt. 200 ml der angesetzten und gut verrührten Probe wurden eingewogen und im Thermostaten 12 vortemperiert. Anschließend ließ man, um ein Vorschäumen zu verhindern, die Probenflüssigkeit vorsichtig an der Innenwand des Glasgefäßes 3 hinabrinnen. Nach Erreichen der Solltemperatur wurde das Glasgefäß mit dem Styropor-Deckel 8 verschlossen, um eine Beeinträchtigung des Schaumes durch die Umgebung zu verhindern.

Zur Messung der Anschäumkinetik wurde während der ersten 90 s in Abständen von jeweils 10 s das Rührwerk 11 ausgeschaltet, um Schaumhöhe und Flüssigkeitsstand am Maßstab 7 abzulesen. Die Ablesezeit überschritt 10 s nicht. Anschließend wurde das Rührwerk 11 wieder eingeschaltet.

Im Zeitraum zwischen 90 und 180 s Gesamtrührzeit wurde im Abstand von 30 s abgelesen. Zur Bestimmung der Schaumstabilität wurde die Schaum- und Flüssigkeitshöhe nach einer Gesamtrührzeit von 180 s noch weitere 5 Minuten aufgezeichnet. Die Messungen erfolgten nach der 1., der 2., der 3. und der 5. Minute. Zur Messung der Schaumstabilität und des Lamellenauslaufs haben sich eine Rührzeit von 120 s und eine Drehzahl des Rührwerks von 1300 Upm bewährt. Unmittelbar nach Abschalten des Rührwerks wurden die Schaumhöhe und, falls die Probenflüssigkeit nicht vollständig aufgeschäumt werden konnte, auch der Flüssigkeitsstand abgelesen. Während eines Zeitraums von 5 Minuten wurden im Abstand von 1 Minute Schaumhöhe und Flüssigkeitsstand abgelesen. Danach wurde das Eckventil 5 geöffnet, um das aus den Flüssigkeitslamellen zurücklaufende Wasser in das auf der Waage 13 stehende Auffanggefäß 14 abfließen zu lassen. Sobald der "Schaumkolben" den Boden des Glasgefäßes 3 erreicht hatte, wurde das Eckventil geschlossen, das Gewicht des abgeflossenen Wassers festgestellt und die sich neu eingestellte Schaumhöhe abgelesen. Das gleiche wurde 10 Minuten nach dem Rührende wiederholt.

Zur Auswertung der Ergebnisse wurde wie folgt vorgegangen. Mit Hilfe des ermittelten Volumens des Glasgefäßes 3 wurde aus den abgelesenen Schaum- und Flüssigkeitshöhen das jeweilige Schaumvolumen berechnet. Solange die Ablesezeit höchstens 10 s betragen hat, ist die Veränderung des Schaumes während dieser Zeit so gering, daß sie vernachlässigt werden kann. Aus mindestens 2 Messungen wurden Mittelwert und Streuung der Schaumvolumina errechnet und über der Zeit aufgetragen. Die Anschäumkinetik errechnete sich aus dem linearen Teil der Steigungsgeraden der innerhalb der ersten Minute in Abständen von 10 s ermittelten mittleren Schaumvolumina. Sie kann in ml/s angegeben werden. Zur Bestimmung des Lamellenauslaufs wurde das Restwasser im Schaum aus der Differenz der Einsatzmenge und der nach 5 bzw. 10 Minuten abgelassenen und mit der Präzisionswaage 13 ermittelten Wassermenge erhalten und als Vol.-% vom Restvolumen des Schaumes errechnet.

Es folgt ein konkretes Beispiel zur Untersuchung der Schaumleistung eines Shampoo, nämlich von "Schauma Eilecithin Shampoo" (Produkt der Fa. Schwarzkopf). Die Versuche wurden als Funktion der Produktkonzentration in 15°d Ca-Härtelösung und unter Zusatz von 0,1 g Sebum/l bei 40°C durchgeführt. Die Anschäumzeit (Rührzeit) betrug 3 Minuten. Die Ergebnisse sind in Fig. 4 zusammengefaßt, wobei das Schaumvolumen in ml über der Zeit in min aufgetragen ist.

Bezugszeichenliste

1 Anschäumapparatur	
2 Einrichtung	
3 Glasgefäß	55
4 Stutzen	
5 Eckventil	
6 Glasrohr	
7 Maßstab	
8 Styropor-Deckel	60
9 Rührwelle	
10 Rührkopf	
11 Rührwerk	
12 Thermostat	
13 Präzisionswaage	65
14 Auffanggefäß	
15 Personalcomputer	
16 Scheibe	

17 Rührblatt
18 Schweißpunkt
19 äußerer Streifen
20 innerer Streifen

Patentansprüche

1. Verfahren zum Bestimmen der Schaumeigenschaften von Tensiden, insbesondere des Anschäumverhaltens, des Schaumvolumens und der Schaumstabilität, wobei man eine das Tensid enthaltende wäßrige Probe mechanisch innerhalb einer vorgegebenen Zeit mittels eines Rührers (10), dessen Rotorblätter sich knapp unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der nicht aufgeschäumten Probe befinden, mit vorgegebener Umdrehungszahl beaufschlagt, während des Rührvorgangs zu vorgegebenen Zeitpunkten die aktuelle Schaumhöhe bestimmt und hierzu den Rührvorgang für jeweils höchstens 10 Sekunden unterbricht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Rührer (10) eine Umdrehungszahl von 900 bis 1300 1/min hat.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die vorgegebene Zeit 60 bis 180 Sekunden beträgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man während der ersten 90 Sekunden in Abständen von jeweils 10 Sekunden und während der folgenden 90 weiteren Sekunden Rührzeit in Abständen von jeweils 30 Sekunden den Rührvorgang unterbricht, um die aktuelle Schaumhöhe abzulesen.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man nach Ablauf der Gesamtrührzeit die Schaumhöhe in Abhängigkeit von der Zeit erfaßt, insbesondere während weiterer 5 Minuten.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man nach Ablauf der Gesamtrührzeit die nicht aufgeschäumte Flüssigkeit aus dem Behälter (3) abläßt, deren Volumen oder Gewicht mißt und daraus und aus dem ursprünglichen Volumen bzw. Gewicht der Probenflüssigkeit die Menge der im Schaum enthaltenen Flüssigkeit bestimmt.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

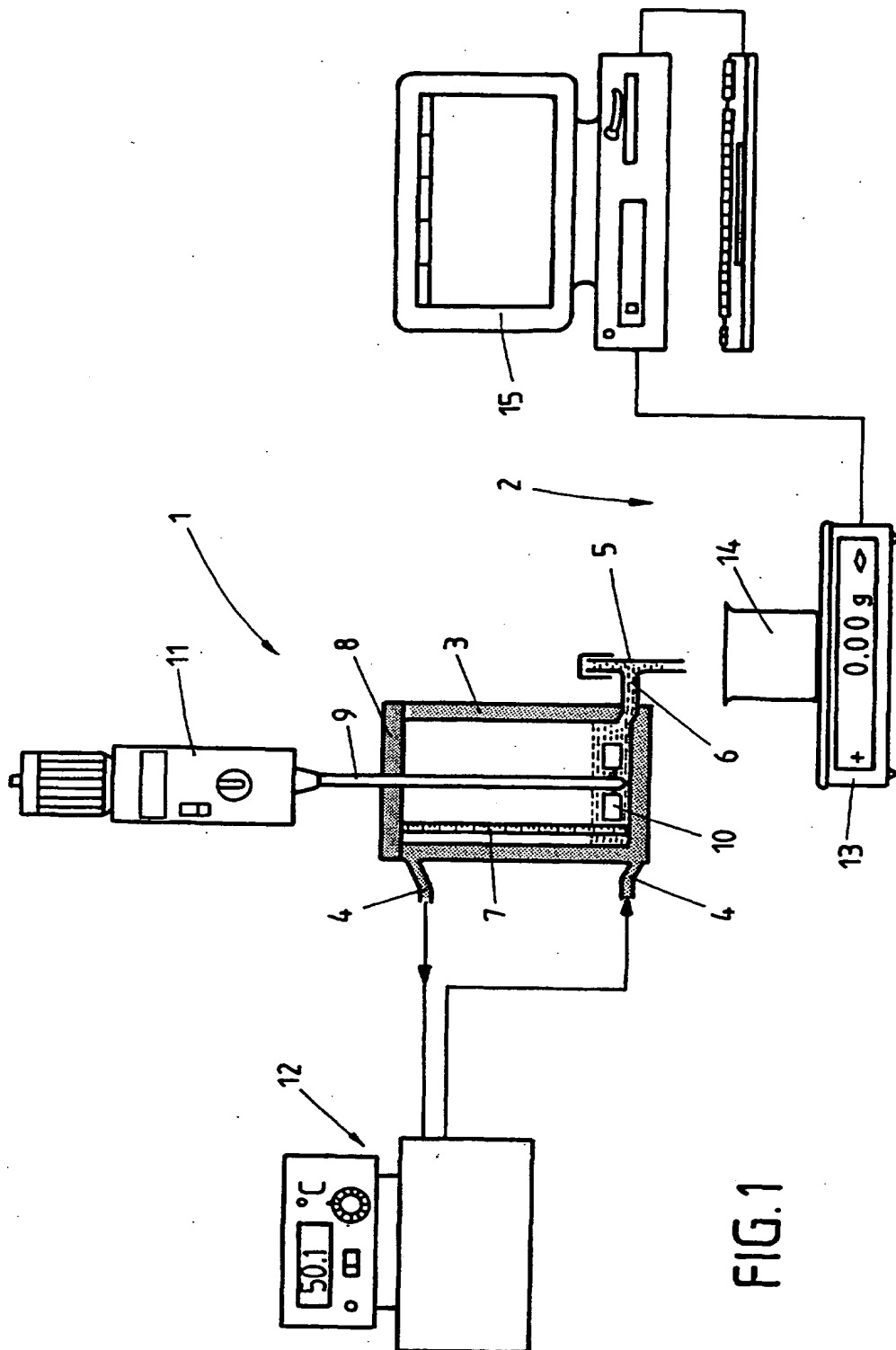
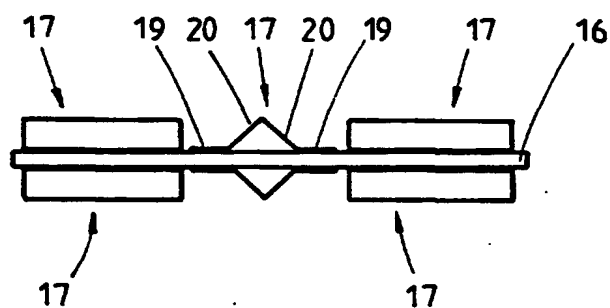
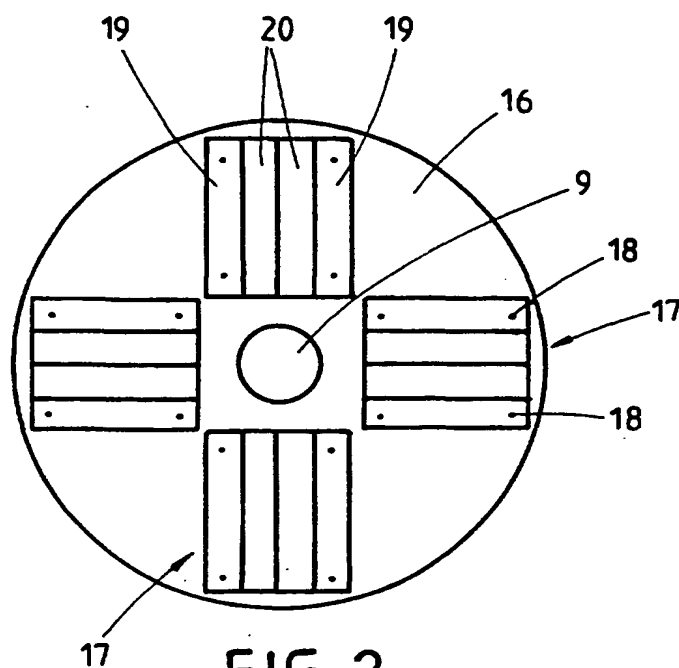
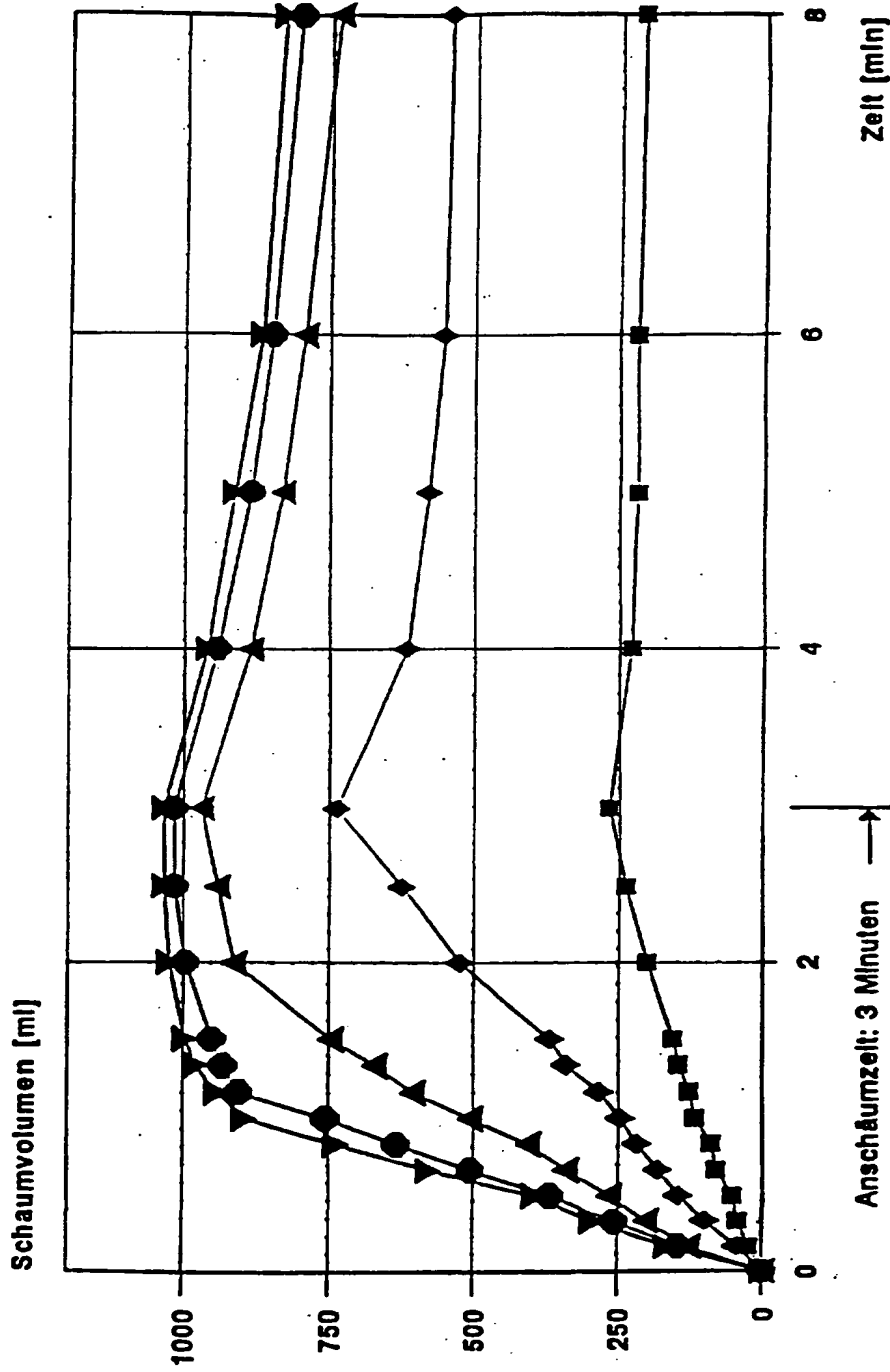


FIG. 1





Produkt-Konzentration [g/l]
 ■ 2,5 ◆ 5 ▲ 10 ● 15 ▼ 20

FIG.4

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)